

R3

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C07C 51/44

C07C 57/07 B01D 3/00

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00126936.4

[43] 公开日 2001 年 3 月 21 日

[11] 公开号 CN 1287994A

[22] 申请日 2000.9.8 [21] 申请号 00126936.4

[30] 优先权

[32] 1999.9.10 [33] JP [31] 257073/1999

[71] 申请人 株式会社日本触媒

地址 日本大阪府

[72] 发明人 西村武 松本行弘

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事
务所

代理人 刘金辉

权利要求书 2 页 说明书 6 页 附图页数 6 页

[54] 发明名称 处理易于聚合的化合物的装置和方法

[57] 摘要

本发明提供一种处理易于聚合的化合物如(甲基)丙烯酸装置,该装置包括 设置于装置侧壁并开口于装置内部的管状部件,具体地,本发明提供一种例如 有效抑制蒸馏塔中的(甲基)丙烯酸聚合的装置和方法,其中蒸馏塔具有如气 体或液体的入口或出口、人孔、或插入仪器的管。管状部件(例如入口或出口、人孔、插入设备的管)的设置应使其具有朝向装置内部的向下倾斜度(α) (例如范围为 3 ~ 70°)。

ISSN 1008-4274

知识产权出版社出版

BEST AVAILABLE COPY

权 利 要 求 书

1. 一种处理易于聚合的化合物的装置，该装置包括设置在装置侧壁上并开口于装置内部的管状部件，该装置的特征在于管状部件的设置应使其具有朝向装置内部的向下倾斜度(α)。
2. 权利要求 1 的装置，其中倾斜度(α)的范围为 $3 \sim 70^\circ$ 。
3. 权利要求 1 或 2 的装置，其中管状部件外露于装置的部分被尽可能地缩短。
4. 权利要求 1~3 中任一项的装置，其中管状部件外露于装置的部分配有向管状部件内注入含分子氧的气体和/或聚合抑制剂的入口。
5. 权利要求 1~4 中任一项的装置，其中管状部件外露于装置的部分配有升温或加热装置。
6. 权利要求 1~5 中任一项的装置，其中管状部件的装置内部分与装置的内壁表面接触的整个周围部分被焊接，并且使所得焊接部分的表面光滑。
7. 权利要求 1~6 中任一项的装置，还进一步包括一向装置内部的管状部件的开口喷雾含聚合抑制剂的液体的装置。
8. 权利要求 1~7 中任一项的装置，其中装置内部的管状部件的开口配有封盖。
9. 权利要求 1~8 中任一项的装置，其中管状部件的装置内部分基本上无凹陷。

10. 权利要求 1~9 中任一项的装置, 其中易于聚合的化合物是至少一种选自(甲基)丙烯酸及其酯的化合物。

11. 一种处理易于聚合的化合物的方法, 该方法包括当处理易于聚合的化合物时, 使用权利要求 1~9 中任一项所述的装置。

说明书

处理易于聚合的化合物的装置和方法

本发明涉及一种处理易于聚合的化合物的装置和方法，本发明具体涉及：当(甲基)丙烯酸等通过蒸馏等进行处理时，一种可有效地抑制其聚合的装置；以及一种用这一装置处理(甲基)丙烯酸等的方法。

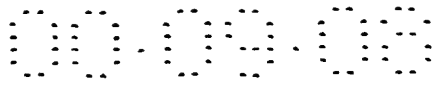
已经公知的是：(甲基)丙烯酸等很容易聚合，以致于在它们的生产过程中经常发生聚合，其结果是停止该装置也没用。为克服这一问题，当生产(甲基)丙烯酸等时，加入聚合抑制剂，如氢醌、吩噻嗪和含分子氧的气体，而且要对使用的装置的内表面进行表面处理，以防止固体如聚合物和沉积物粘附到装置上。

然而，即使采取了上述措施，也不能完全防止聚合的发生，而且是不可避免的。因此当管道被所得聚合物阻塞时，要停止操作以人工或化学地清除它们。

至于这样一种装置，经常要在装置的侧壁上配置一个管状部件，该部件例如用作由装置内部排放物料或向装置内部加入物料的出口或入口或用作安装仪器底座的一部分，并且聚合特别易于在这一管状部件中发生。

本发明在上述背景下产生，并且其目的是提供一种当易于聚合的化合物如(甲基)丙烯酸等在生产时，可有效地抑制其聚合的装置和方法。

本发明人作了深入细致的研究，结果基于下述发现完成了本发明，即：当蒸馏易于聚合的化合物如(甲基)丙烯酸等时，气体在安装于蒸馏塔中的管状部件中或者在插入该管状部件内的仪器表面上冷凝，以及通过该冷凝形成的液体不可避免地驻留，导致聚合的发生，而且，为防止冷凝液在管状部件中或在仪器表面上的这种驻留，只需设置在装置侧壁上的管状部件倾斜，使得具有朝向装置内部的向下倾斜度便足够了。



也就是说，本发明涉及一种处理易于聚合的化合物的装置，该装置包括设置在装置侧壁上并开口于装置内部的管状部件，该装置的特征在于管状部件的设置应使其具有朝向装置内部的向下倾斜度(α)。

本发明还涉及一种处理易于聚合的化合物的方法，该方法包括当处理易于聚合的化合物时，使用上述的装置。

本发明的这些和其它目的以及优点将通过下面的详细说明而更加清楚。

图 1 是设置于本发明装置上的管状部件的截面示意图。

图 2 是设置于本发明装置上的另一管状部件的截面示意图。

图 3 是人孔型管状部件的三种形式(a)、(b)和(c)的截面示意图。

图 4 是仪器底座型管状部件的两种形式(a)和(b)的截面示意图。

图 5 是一种管状部件的截面示意图，该管状部件伸出装置的部分配有注入含分子氧的气体 and/或聚合抑制剂的入口。

图 6 是配有升温或加热装置的管状部件的截面示意图。

图 7 是含聚合抑制剂的液体喷入管状部件的状态的截面示意图。

图 8 是管状部件在装置内部的开口配有封盖的状态的截面示意图。

图 9 是本发明装置内部装上法兰的管状部件的截面示意图。

图 10 是常规的装置内部装有法兰的管状部件的截面示意图。

本发明中称为“易于聚合的化合物”是指通过例如其反应或蒸馏处理时易于聚合形成聚合物的化合物，其典型实例包括(甲基)丙烯酸及其酯，如甲酯、乙酯、正丙酯、异丙酯、正丁酯、异丁酯、2-羟基乙酯和 N,N-二甲氧基乙酯。这些化合物各自单独处理，或以其混合物或含有它们的液体的形式处理。

此外，本发明中所指的“处理”是指所有生产这些易于聚合的化合物所需要的操作，如反应、蒸馏、萃取、吸收、储存和热交换。

因此，本发明的“装置”包括用于进行上述处理(例如反应、蒸馏、萃取、吸收、储存和热交换)的那些装置，例如反应器、蒸馏塔和它们的附属装置(如换热器、罐)，且这一装置在其侧壁上设置有管状部件，

其中管状部件在装置内部开口。

以下说明设置于本发明装置侧壁并开口于装置内部的管状部件。
图 1 至 10 说明按照本发明的管状部件的典型实例。

图 1 的管状部件 1 是向装置 2 中引入或从其中放出气体、液体、或固体、或其混合物相的流体的入口喷嘴或出口喷嘴。这一流体可以是易于聚合的化合物本身或另一种。

如图所示，管状部件 1 设置于装置 2 的侧壁 21 上，并开口于装置 2 的内部，该管状部件的设置应使其具有朝向装置 2 内部的向下倾斜度(α)。

本发明的特征在于管状部件 1 的设置应使其具有朝向装置 2 内部的向下倾斜度(α)。若管状部件具有这样的倾斜度，则在管状部件 1 的内壁表面 11 上的冷凝液 3 会迅速落下，由此防止驻留，结果可有效地抑制聚合。关于这一点，倾斜度(α)优选 $3 \sim 70^\circ$ ，更优选 $5 \sim 60^\circ$ 。若倾斜度(α)太小，则冷凝液不能迅速下落，因此所得聚合抑制效果不够。顺便提及的是，若倾斜度(α)太大，则会出现不期望的例如与管的连接问题。

本发明中，不是所有设置于装置侧壁上的管状部件均需要设定倾斜度(α)，但特别是在管状部件中优选对处于如下气氛下的管状部件设定倾斜度(α)，在该气氛下气相或气液混合相易于在装置内部分的内和外壁表面上和/或装置外部分的内壁表面上冷凝。

图 2 的管状部件 1 不仅具有如图 1 所示情形的外露于装置 2 的部分 1a，而且还具有插入装置 2 内的部分 1b。也就是说，该管状部件包括管状部件外露于装置的部分(A)和在装置内的部分(B)。

图 3 和 4 说明了各种不同形式的管状部件。图 3 中的三个管状部件分别为(a)常规人孔或手孔，(b)垫板型(pad type)人孔或手孔，和(c)带内盖的人孔。

图 4(a)的管状部件 1 为图 1 类型中的、用作插入管或仪器 4 如压力表或液体液面指示器的底座的实例，图 4(b)的管状部件 1 为图 2 类型中的、用作仪器 4 如温度计的底座的实例(如图 4(b)所示的安装有

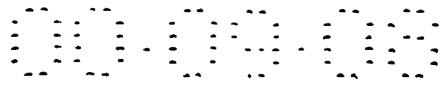
仪器底座的图 2 的管状部件也包括于开口于装置内部的管状部件的实例内)。

对于本发明中的管状部件 1, 优选外露于装置 2 的部分 1a 尽可能短, 并且对于图 1 的管状部件, 优选图 3(b)的垫板型管状部件, 因为这样可降低管状部件外露于装置的部份的内壁表面积, 以防止冷凝液驻留在内壁表面上, 结果可有效地抑制聚合。

对于本发明中的管状部件, 优选向外露于装置的部分 1a 内加入通常用作聚合抑制剂的含分子氧的气体和/或聚合抑制剂, 其目的是抑制外露于装置的部分 1a 内的聚合。图 5 具体说明了这样一种优选情形下的实例, 其中外露于装置的部分 1a 配有注入含分子氧的气体和/或聚合抑制剂的入口 12。例如在如图 5 所示图 1 的管状部件 1 内插有仪器 4, 如隔膜型液体液面指示器的情形中, 在管状部件 1 的内壁表面和仪器 4 的外壁表面之间有小的间隙, 液体倾向于驻留在该间隙内, 因此优选通过从如图 5 所示的入口 12 注入含分子氧的气体和/或聚合抑制剂, 以抑制聚合。

图 6 中, 管状部件 1 外露于装置的部分 1a 配有升温或加热装置 13, 如蒸汽夹套。若管状部件 1 外露于装置的部分 1a 被升温或加热, 则防止了气体在管状部件的内壁表面上冷凝, 因此不仅有效抑制了冷凝液的驻留, 而且更有效地抑制了聚合的发生。升温或加热装置 13 不仅可以设置在全部外露于装置的部分 1a 上, 而且也可以仅设置在外露于装置的部分 1a 的一部分上。升温或加热装置 13 的实例包括电或蒸汽加热器 tracing, 以及内部可循环加热介质的夹套。

对于图 2 的管状部件 1, 冷凝液倾向于驻留在管状部件的装置内部分 1b 与装置的内壁表面 21 接触的部份的周围, 因此优选焊接整个的周围部分, 并且使所得焊接部分 14 的表面光滑。这种光滑优选至这样的程度, 即焊珠可从焊接部分的表面消失, 具体地, 按照 JIS B0601(-1994)的 R_{\max} 值可 12.5S 或更低。同样在温度计底座插入在图 2 的管状部件的图 4(b)的情形中, 如该图所示, 优选焊接其中为管状部件 1 的仪器底座与装置的内壁表面 21 接触的整个周边部分, 并使所得



的焊接部分 14 的表面光滑。

配置一向装置内部的管状部件 1 的开口 15 喷雾含聚合抑制剂的液体的装置 5(图 7), 或者在装置内部的管状部件 1 的开口 15 上配置一个封盖 6 以减小装置内壁上下落的冷凝液的影响(图 8)也是有效的。

图 9 具体说明了装置内部分 1b 上带有法兰连接部分 16 的管状部件 1。对于图 10 的常规管状部件 1, 固定在法兰连接部分 16 上的垫片 17 与法兰的直径不同, 因此存在一个凹陷部分(间隙)C。因此冷凝液倾向于驻留在该间隙部分 C 中形成聚合物。相反, 如图 9 所示, 本发明中使用直径与法兰相同的垫片 17, 使得基本上无凹陷部分(间隙)C。这样在本发明中, 优选管状部件 1 的装置内部分 1b 基本上无凹陷。

以上基于附图具体说明了按照本发明的管状部件, 但是本发明并不限于这些管状部件, 而还包括例如视镜和均压器。

本发明的管状部件的设置位置并不特别受限, 而是可以按照其使用目的适当选择。

下面说明有关处理易于聚合的化合物的方法, 该方法包括使用上述本发明的装置。该处理方法可以以与常规处理方法相同的方式进行, 所不同的是使用本发明的装置。

本发明的装置可有效地防止冷凝液驻留, 因此可有效地抑制易于聚合化合物的聚合。由此可以以高产率生产易于聚合的化合物。特别是, 可以稳定地长时间处理易于聚合的化合物。

此外, 通过本发明的方法, 可以容易地处理易于聚合的化合物, 同时有效地抑制其聚合。

以下通过一些优选实施方案的下列实例与不是按照本发明的对比例的对比更加具体地说明本发明。然而本发明并不限于下述实施例。

实施例 1

使用配有蒸馏塔、冷凝器和再沸腾器的不锈钢(SUS316)精馏装置提纯含丙烯酸酯的液体。下述管状部件设置在蒸馏塔、冷凝器和再沸腾器上, 使它们分别具有下述的倾斜度。顺便提及的是, 对于人孔或

手孔，使用垫板型的。

蒸馏塔：仪器(温度计、压力表、液体液面指示器)的底座：3°

均压孔，压力测试装置底座(塔顶、塔底)：6°

人孔(塔顶、塔底)：5°

冷凝器：气体出口：10°

压力测试装置底座：60°

再沸腾器：人孔或手孔：6°

丙烯酸酯物料的组成为，丙烯酸 2-乙基己酯 60 重量%，2-乙基己醇 32 重量%，丙烯酸 7 重量%。

装置在下述条件下连续操作 3 个月：塔顶绝对压力 = 30mmHg (= 约 4.00kPa)，塔顶温度 = 98℃，塔底绝对压力 = 65mmHg (= 约 8.67kPa)，塔底温度 = 135℃，回流比 = 0.9。操作停止后，考查装置的内部。结果，在任何管状部件上未发现所得聚合物的粘附。

对比例 1

以与实施例 1 相同的方式对含有丙烯酸酯的液体进行蒸馏，所不同的是所有的管状部件均相对于实施例 1 所用相同的装置呈水平设置。装置连续操作 3 个月。操作停止后，考查装置的内部。结果，在一些管状部件上发现了所得聚合物的粘附。此外，设置在塔底的人孔完全被所得聚合物堵塞，因此不能人工打开。

在不背离本发明精神而不是范围的前提下，可对本发明的各种细节作出改动。而且，前面对本发明优选实施方案所作的描述仅仅是起说明的作用，而并不是对由所附权利要求及其等同物所限定的发明起限制作用。

说明书附图

图 1

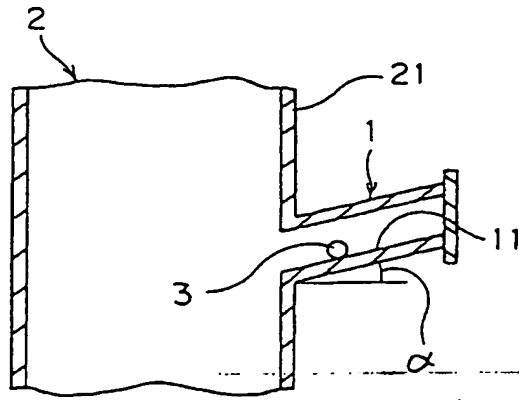


图 2

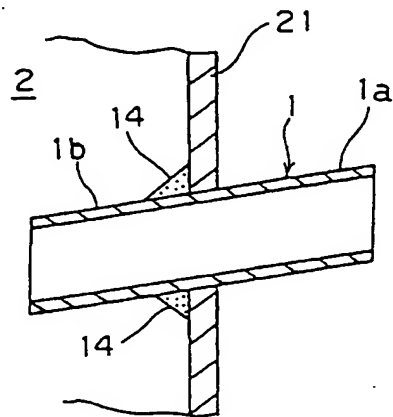
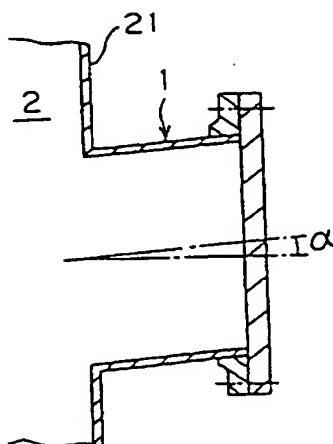
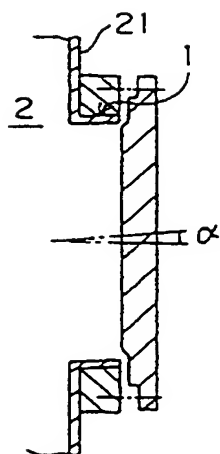


图 3

(a)



(b)



(c)

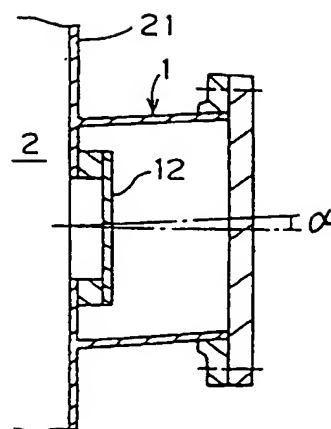
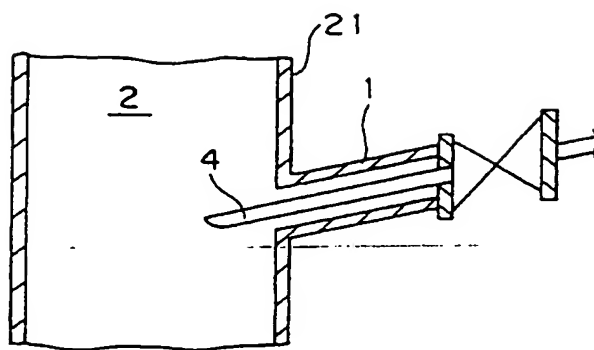


图 4

(a)



(b)

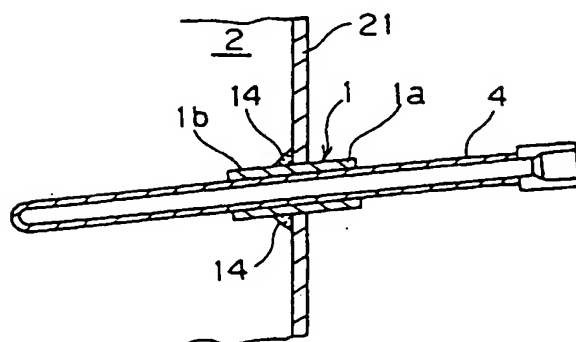


图 5

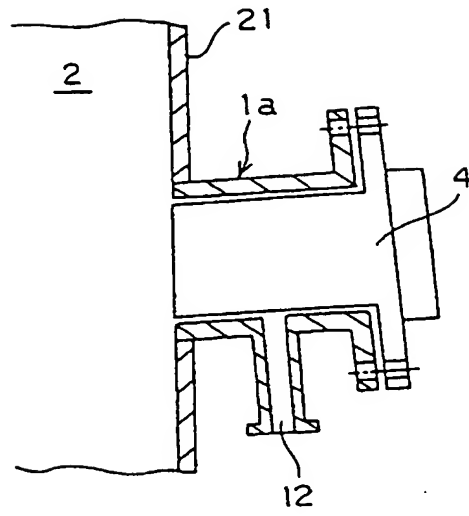


图 6

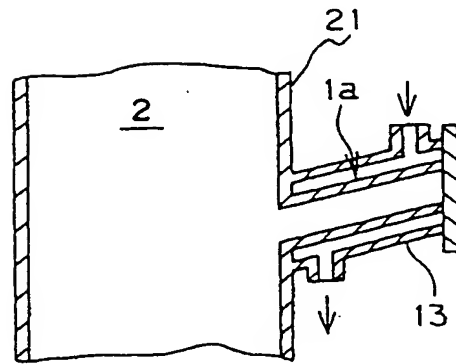


图 7

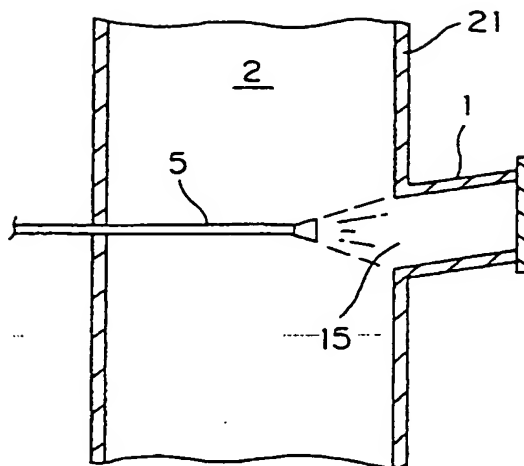


图 8

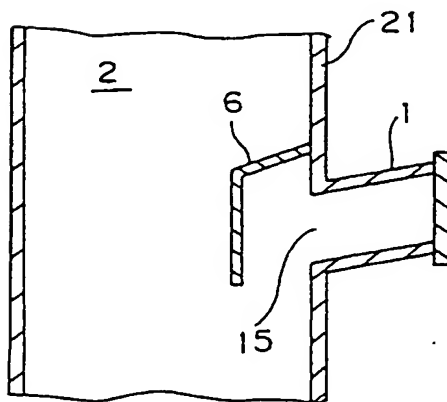


图 9

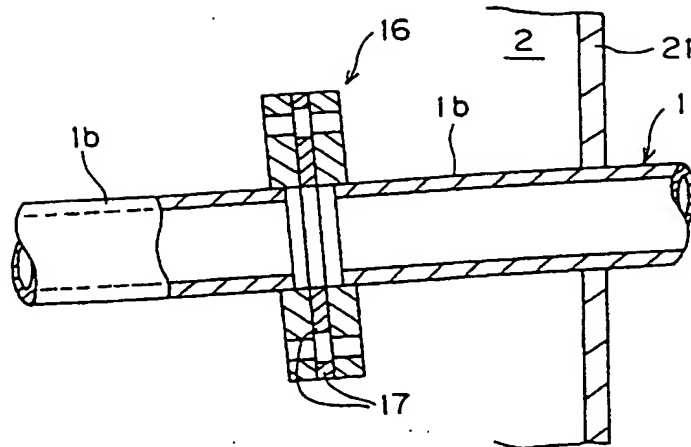
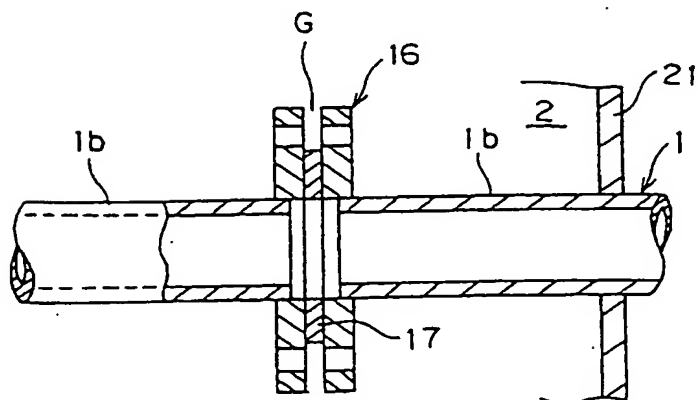


图 10



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.